

## ПУБЛИКАЦИИ ПО АНАЛИТИКЕ В ЖУРНАЛЕ "ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ" (№ 4 - 10 за 2000 год)

Ю.М.Полежаев

Уральский государственный технический университет (УГТУ-УПИ)  
620002, Екатеринбург, Мира, 19

В указанных номерах журнала "Заводская лаборатория" по вопросам аналитики опубликовано 53 статьи. Их распределение по методам и разделам приведено ниже.

### 1. ОБЩИЕ ВОПРОСЫ АНАЛИТИКИ

**Аналитическая химия как сплав науки, техники и технологии (обзор).** О.М.Петрухин. № 4. С.3-11.

Предпринята попытка показать, что роль науки, техники и технологии в развитии методов анализа существенно меняется. Прослеживается развитие аналитической химии от методов анализа, основанных на проведении химических реакций в "ручном варианте", к инструментализации и современным аналитическим аппаратно-программным комплексам.

**Методология и правовые аспекты химического анализа опасных веществ.** А.В.Гаевский, Е.В.Дегтерев, Е.А.Симонов, В.Г.Макаров, О.А.Гаевская, В.И.Сорокин. № 6. С.56-63.

Обсуждаются вопросы становления новой правовой базы для аналитической работы с веществами, подлежащими специальному контролю (КВ), новые списки КВ и порядок деятельности в сфере их оборота. Показана необходимость минимизации некоторых фармакопейных методик и совершенствования системы аналитического контроля в целом в отношении конкретных высокоактивных наркотических средств и ядовитых веществ. Рассматриваются основные за-

Полежаев Юрий Михайлович - заведующий кафедрой аналитической химии Уральского Государственного технического университета, доктор технических наук, профессор.

Область научных интересов: химия, технология и анализ веществ и материалов на основе редких металлов.

Автор свыше 420 научных и методических публикаций, в том числе 48 авторских свидетельств, 2 монографий и 2 учебных пособий.

дачи аналитиков при экспертизе КВ и пути их решения, в том числе особенности современного анализа биологических объектов, вопросы создания отечественных экспресс-тестов для предварительной идентификации КВ с помощью цветных реакций, а также характеристики некоторых методов дистанционного обнаружения КВ.

### 2. ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

**Гравиметрическое определение висмута в особо чистом  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ .** С.В.Корнев, И.И.Новоселов, А.А.Галицкий, Я.В.Васильев. № 8. С.19-20.

Описана методика гравиметрического определения висмута в особо чистом  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  восстановлением оксида водородом. Предлагаемый способ позволяет определять содержание висмута с точностью  $\pm 0,02$  % масс. и точнее выдерживать стехиометрическое соотношение компонентов в технологии выращивания монокристаллов  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ .

**Газовольнометрический метод определения активного алюминия в полимерных материалах.** Л.Е.Баксанова, В.И.Будников, В.А.Вальцифер. № 7. С.22-23.

Метод основан на измерении объема водорода, выделяющегося при взаимодействии алюминия со щелочью.

### 3. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

#### 3.1. Потенциометрический анализ

**Потенциометрическое определение основного вещества в промышленных образцах ал-**

**килбензолсульфокислот и алкилбензолсульфонатов натрия.** Е.Г.Кулапина, В.А.Овчинский. №6. С.14-16.

Разработан простой и экспрессный метод определения основного вещества в промышленных образцах алкилбензолсульфокислот и алкилбензолсульфонатов, основанный на потенциометрическом титровании образцов хлоридом цетилпиридиния с использованием АПАВ-селективного электрода. Предлагаемая методика характеризуется высокой чувствительностью (предел обнаружения 0,06 мг/л), удовлетворительной сходимостью результатов ( $s_r$  не превышает 0,05) и малой систематической погрешностью (1,2 %).

### 3.2. Вольтамперометрический анализ

**Инверсионно-вольтамперометрическое определение микроколичеств свинца и меди в снеговых водах при обработке проб высокочастотным электромагнитным полем.** И.Е.Стась, Б.П.Шипунов, В.Н.Шабалина. №6. С.10-13.

Показано, что наложение на электрохимическую ячейку высокочастотного (ВЧ) электромагнитного поля позволяет существенно повысить аналитический сигнал в методе инверсионной вольтамперометрии. Эффективность воздействия зависит от частоты ВЧ поля, времени его воздействия, а также концентрации фонового электролита и объема анализируемого раствора. При выбранных частотах электромагнитного поля проведено определение свинца и меди в снеговых водах. Полученные данные сопоставлены с результатами анализа при ультрафиолетовой обработке проб. Сделан вывод о более высокой эффективности ВЧ воздействия.

**Вольтамперометрический метод контроля общей концентрации серебра и содержания его роданидных комплексов в железистосинеродистых электролитах серебрения.** В.Н.Кирюшов. №6. С.16-19.

Описана вольтамперометрическая методика раздельного определения общей концентрации серебра и его доли, связанной в роданидный комплекс, на графитовом электроде. Метод основан на способности ионов серебра восстанавливаться на графитовом электроде из роданидных и цианидных комплексов при существенно различных потенциалах в роданидном фоновом растворе, а в тиосульфатном фоновом растворе – при очень близких потенциалах. Относительное стандартное отклонение метода при обновлении торцевой рабочей поверхности электрода срезанием тонкого поверхностного слоя равно 0,02.

**Применение магнезона для полярографического определения РЗМ иттриевой подгруппы в интерметаллических соединениях с алюминием.** Л.О.Дубенская, Г.Д.Левинская. №8. С.7-8.

Разработана простая и экспрессная методика полярографического определения редкоземельных элементов иттриевой подгруппы с магнезоном в интерметаллических соединениях с алюминием. Влияние алюминия устраняется маскированием фторид-ионом. Предел обнаружения составляет  $2 \cdot 10^{-6}$  М.

**Вольтамперометрическое определение серебра на графитовом электроде в отработанных фиксажных и отбеливающе-фиксажных растворах.** В.Н.Кирюшов, А.А.Вайс, А.И.Маслий. №8. С.9-11.

Предложен экспрессный метод постоянного тока вольтамперометрии для определения серебра в отработанных фиксажных растворах по пику его восстановления на графитовом электроде. Определение проводят в неразбавленном растворе (1-8 г/л Ag) или в пробе фиксажа (1-30 г/л Ag), разбавленной в 25-30 раз фоновым раствором (0,1 М  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 + 0,1 \text{ М } \text{Na}_2\text{SO}_3$ ). Увеличение концентрации  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  или  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  в фоновом растворе до 0,3 М не влияет на результаты анализа. Определению не мешают другие компоненты фиксажных растворов:  $\text{J}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{NH}_4^+$ , комплексоны ЭДТА, ЦДТА, а также лимонная и уксусная кислоты. Градуировочные графики линейны и проходят через начало координат при скорости развертки 5-20 мВ/с. Результаты анализа правильны (доказано сравнением с данными химического метода Фольгарда) и воспроизводимы с относительным стандартным отклонением 0,006-0,02 при работе с графитовым электродом, обновляемым механическим срезанием тонкого поверхностного слоя.

### 3.3. Спектрофотометрический анализ

**Сорбционно-фотометрическое определение кремния с применением пенополиуретана.** Л.В.Гончарова, С.Г.Дмитриенко, Л.Н.Пяткова, С.В.Макарова, Ю.А.Золотов. №5. С.9-11.

Описана методика сорбционно-фотометрического определения кремния с применением пенополиуретана. Кремний сорбируют из слабых кислых растворов (рН – 2) в виде окисленной или восстановленной форм молибдокремниевой кислоты (МКК) пенополиуретаном и определяют в фазе сорбента с помощью спектроскопии диффузного отражения. Пределы обнаружения кремния в виде окисленной и восстановленной форм МКК составляют 0,01 и 0,003 мкг/мл соответственно.

Методика апробирована на водопроводной воде.

**Тест-метод определения молибдена (VI) с фенилфлуороном на твердой фазе волокнистых сорбентов.** В.П.Дедкова, О.П.Швоева, С.Б.Саввин. №5. С.13-15.

Изучена система фенилфлуорон-волокнистый сорбент, наполненный анионообменником АВ-17, для визуального определения молибдена. Мо(VI) сорбируют из раствора аскорбиновой кислоты на твердой фазе и детектируют раствором фенилфлуорона в 0.5 М НСl. В пределах цветовой шкалы 0.025-0.4 мкг/мл наблюдается изменение окраски из оранжевой в малиновую. Тест-метод апробирован на речной и водопроводной воде. Предел обнаружения молибдена составляет 0.02 мг/л. Относительная погрешность не превышает 25 %. Продолжительность анализа – 10 мин.

**Фотометрическое определение сульфит-ионов в природной и питьевой воде с использованием иод-амилозного реагента.** В.В.Никоноров, Л.Н.Москвин. №6. С.6-9.

Разработана методика фотометрического определения сульфит-тонов в природной и водопроводной воде, основанная на ослаблении окраски иод-амилозного реагента. Методика отличается простотой, экспрессностью, низким пределом обнаружения (4 мкг/л) и широким диапазоном линейности (0.008-4.8 мг/л). Рассмотрены различные факторы, мешающие анализу пробы, разработаны способы устранения их влияния.

**Спектрофотометрическое определение светостабилизатора тинувил 783 в композициях на основе полипропилена.** С.Д.Короткова, Л.Г.Морозова, Н.А.Патрушева. №7. С.25.

Вырезают и выбирают определенные по толщине пленки и измеряют их оптическую плотность при длине волны 229 нм относительно образца сравнения, изготовленного из пленки базового полимера.

**Экстракционно-фотометрическое определение вольфрама в сегнетоэлектриках системы Pb-Sb-W-O.** Ж.А.Кормош, Я.Р.Базель, Я.И.Студеняк, П.М.Милян, А.А.Толмачев. №9. С.9-11.

Изучена экстракция микроколичеств вольфрама (VI) в виде ионного ассоциата с основным полиметиновым красителем, производным 1,3,3-триметил-3Н-индолия из водно-органических сред. Определены спектрофотометрические характеристики экстрактов. Молярный коэффициент поглощения ионных ассоциатов составляет  $(2.1-4.3) \cdot 10^4$ . Определению вольфрама не мешают щелочные, щелочноземельные элементы, V, As, Zn, Ni, Co, Al, Cd, Mn, Cr, Pb, Sb, Bi, Mo, Re. Разработана методика экстракционно-фото-

метрического определения вольфрама в сегнетоэлектрических системах Pb-Sb-W-O.

**Одновременное экстракционно-фотометрическое определение циркония и молибдена в многокомпонентных сплавах.** И.М.Кутырев, Г.М.Чернышева, Н.Н.Басаргин, Ю.А.Чеботникова. №9. С.11-13.

Разработаны неводные буферные растворы с различной кислотностью для фотометрического определения циркония и молибдена в экстракте при совместном присутствии. В интервале pH 0.5-1.7 экстракционная система триоктиламин в толуоле –  $H_2SO_4$  – Mo, Zn позволяет избирательно извлекать указанные элементы за одну экстракцию, устраняя мешающее влияние Fe (II, III), Co (II), Ni (II), Cu (III), Al (III), Ti (IV), Cr (III), Mn (II), V (IV), Si (IV). Метод апробирован при определении Zn и Mo в магнитном сплаве. Достоверность подтверждена определением этих элементов в стандартном образце СО 123в.

**Экстракционно-фотометрическое определение кадмия с 4,7-дифенилфенантролином и азопроизводными пирокатехина и оксинафтойной кислоты.** И.Х.Рустамов, С.А.Зейналова, С.А.Абдуллаева. №9. С.13-16.

Исследованы разнолигандные комплексы кадмия с 4,7-дифенилфенантролином и *о*-, *п*-, 2,4-динитробензолазопирокатехином и *о*-, *п*-, 2,4-динитробензолазооксинафтойной кислотой. Установлены условия образования, состав, физико-химические и аналитические свойства комплексов. Разработаны двухстадийные экстракционно-фотометрические методики определения кадмия с 4,7-дифенилфенантролином, 2,4-динитробензолазопирокатехином и 2,4-динитробензолазооксинафтойной кислотой. Методики апробированы при определении кадмия в полисульфидных рудах и в  $Na_2CrO_4 \cdot 10H_2O$ .

**Проточно-инжекционное определение *п*-аминофенола в смесях со спектрофотометрическим детектированием.** М.И.Евгеньев, С.Ю.Гармонов, Л.Ш.Шакирова. №10. С.19-22.

Подобраны условия проточно-инжекционного определения *п*-аминофенола в сложных по составу смесях в виде 5,7-динитробензофуоксанового производного. Разработана методика проточно-инжекционного определения *п*-аминофенола в лекарственных формах на основе парацетамола. Предел обнаружения *п*-аминофенола составляет 0.025 мкг/мл, производительность – 35 определений в час.

#### 3.4. Атомно-абсорбционный анализ

##### Применение атомно-абсорбционного ана-

**лиза для определения Ge и Bi в оксидах германия и висмута и отходах производства кристаллов ортогерманата висмута.** Т.М.Корда, Н.Ф.Бейзель, Н.И.Петрова, И.И.Новоселов, С.В.Коренев. №9. С.6-9.

Описаны методики атомно-абсорбционного определения германия и висмута в технологических продуктах производства кристаллов ортогерманата висмута. Относительные стандартные отклонения при атомизации растворов в пламени составляют для висмута 0,02-0,03 в интервале 20-200 мкг/мл; для германия – 0,015-0,04 в интервале 20-500 мкг/мл. Микроколичества германия и висмута определяются с использованием электротермической атомизации, интервал определяемых содержаний – 0,01-1,0 мкг/мл.

### 3.5. Люминесцентный анализ

**Хемилюминесцентное определение железа с помощью нитрата 9-циано-10-метилакридиния.** С.В.Мидяный, А.М.Гута, И.О.Пацай. №4. С.11-13.

Исследованы условия и разработана методика хемилюминесцентного определения железа по его каталитическому действию в реакции нитрата 9-циано-10-метилакридиния с  $H_2O$  в присутствии о-фенантролина в кислой среде. Нижняя определяемая концентрация железа составляет 2,5 нг/мл.

### 3.6. Хроматографический анализ

**Применение бумаги на полимерной основе в двумерной хроматографии.** В.Г.Березкин, В.Ю.Румянцев, С.В.Воробьева, Э.П.Донцова, А.Б.Марков, Р.Г.Марданов. №4. С.13-15.

Показана новая форма реализации бумажной хроматографии, позволяющая осуществлять хроматографические процессы в двумерной хроматографии независимо на отдельных листах бумаги. Вначале разделение проводят на узкой полосе бумаги, которая не касается основного листа бумаги, затем эту полоску соединяют с основной частью бумаги и осуществляют разделение в направлении, перпендикулярном первому. Предложенный метод позволяет сократить продолжительность анализа и использовать различные типы бумаги в двумерном разделении. Возможно также соединение бумажной полосы с разделенными зонами и стандартной пластинки для ТСХ.

**Концентрирование малолетучих примесей в ТСХ.** В.Г.Березкин, Р.Г.Марданов, А.Б.Марков, Ю.Д.Дедков, О.Г.Радугина, С.Ю.Кельина. №5. С.15-18.

Предложен способ концентрирования нелету-

чих и малолетучих примесей органических и неорганических соединений на пластинке для ТСХ из растворов с летучей основной матрицей, основанный на использовании метода интенсивной термодесорбции основного компонента в узкой зоне пластинки. Достигнутая степень концентрирования – 500, продолжительность концентрирования – 20-30 мин.

**Поликлоночные пластинки типа "СОРБ-ФИЛ" для тонкослойной хроматографии.** В.Б.Березкин, Р.Г.Марданов, А.Б.Марков. № 6. С.19-21.

Экспериментально оценены поликлоночные пластинки для тонкослойной хроматографии (ТСХ) производства АО "Сорбполимер" (г. Краснодар), хроматографический слой на которых представляет собой ряд параллельных узких полос адсорбента шириной 3 мм. Пластинки могут быть использованы для разделений как в классическом варианте ТСХ, так и в методах ТСХ с принудительным потоком подвижной фазы (при условии реализации закрытого сорбционного слоя). На примерах разделения смесей красителей показаны преимущества поликлоночных пластинок для ТСХ.

**Экстракционно-хроматографическое определение 1,1-диметилгидразина в водах с диодно-матричным детектированием.** М.И.Евгеньев, И.И.Евгеньева, С.Ю.Гармонов, Р.Н.Исмаилов, Д.Г.Победимский. №7. С.14-16.

Выявлены рабочие условия экстракционно-хроматографического определения 1,1-диметилгидразина в воде в виде 5,7-динитробензофуразанового производного. Оптимальные условия проведения реакции получения производного достигаются в нейтральных средах. Количественное извлечение производного определяемого вещества наблюдается при использовании хлороформа. Предел обнаружения 1,1-диметилгидразина в указанных условиях составляет 0,003 мкг/мл.

**Хроматографическое определение бенз[а]пирена в снежном покрове.** С.Г.Назаркина, А.В.Буланова, П.П.Пурыгин, О.Г.Ларионов. № 8. С.12-14.

Определено содержание бенз[а]пирена (БП) в талой воде с использованием ТСХ и ГЖХ методов. Построена ориентировочная карта распространения БП в одном из промышленных районов г. Самары.

**Определение в водных средах общего содержания азота, фосфора и серы ионохроматографическим методом.** И.С.Воробьева, В.С.Гурский. №8. С.14-16.

Описан ионохроматографический метод определения в водных средах общего содержания азота, фосфора и серы после УФ окисления пробы в присутствии пероксида водорода. Выбраны оптимальные условия протекания реакции. Метод апробирован на реальных пробах питьевой и природной воды и рекомендован для аналитических лабораторий, осуществляющих их анализ.

### 3.7. Кинетический анализ

**Определение некоторых малеинамидокислот кинетическим методом.** Р.Н.Исаев, И.А.Буркова. №4, С.17-18.

Показана возможность определения 2-пиридилмалеинамидокислоты и *n*-толилмалеинамидокислоты кинетическим методом на основе их способности ингибировать каталитические свойства меди (II) в реакции окисления гидрохинона пероксидом водорода. Определения возможны в интервале концентраций 0,04-0,54 мкг/мл.

## 4. ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

### 4.1. Атомно-эмиссионный анализ

**Химико-атомно-эмиссионная спектральная методика определения Ge, Au, Hg в чистом металлическом галлии.** Т.А.Чанышева, Л.Н.Комиссарова, И.Р.Шелпакова. №4, С.20-22.

Описаны атомно-эмиссионная спектральная методика определения Ge, Au, Hg в высокочистом галлии, предусматривающая концентрирование этих примесей частичным хлорированием матрицы газообразным хлором. Нижняя граница определяемых концентраций для Hg составляет  $1 \cdot 10^{-5}$  % масс., для Au и Ge –  $4 \cdot 10^{-6}$  % масс. Одновременно могут быть определены Ni, Sn ( $4 \cdot 10^{-6}$  % масс.) и Cu ( $4 \cdot 10^{-7}$  % масс.).

**Влияние спектральных помех на реальный предел обнаружения при атомно-эмиссионном анализе.** Е.В.Смирнова, С.И.Прокопчук, Н.Г.Балбекина. №7, С.17-21.

Описан способ оценки реального предела обнаружения  $c_{LR}$  при атомно-эмиссионном анализе в условиях спектральных помех как суммы двух составляющих:  $c_{LO}$  – предела обнаружения в "чистой" основе, не содержащей мешающих элементов, и  $c_{LI}$  – вклада контуров посторонних линий, налагающихся на профиль аналитической линии. Величины  $c_{LI}$  измерены для 20 ионных линий редкоземельных элементов при анализе с помощью аргонного дугового двухструйного плазматрона при родных сред различного химического состава.

### 4.2. Рентгеноспектральный анализ

**Способы повышения точности построения**

**градуировочной характеристики с помощью уравнений связи в рентгенофлуоресцентном анализе.** Е.И.Молчанова, А.Н.Смагунова, А.В.Смагунов. №4, С.16-20.

Показано, что правильность результатов РФА по уравнениям связи с теоретическими или регрессионными  $\alpha$ -коэффициентами можно существенно повысить за счет более точной аппроксимации зависимости  $C_i = f(I_i)$ . Записаны формы регрессионных уравнений для расчета  $C_i$  на основе "образца-соседа". Предложены критерии поиска таких образцов.

**Использование рентгенофлуоресцентного метода анализа для определения элементов в составе легированного титаната диспрозия.** В.А.Кутвицкий, А.Е.Корнеев, А.А.Лебедев, Л.И.Быстрова, В.В.Борисова, А.Н.Панин. №5, С.7-8.

Предложено применение стекловидных образцов сравнения на основе висмута и бора для определения элементов в составе легированного титаната диспрозия рентгенофлуоресцентным методом анализа с использованием линий вторичного излучения висмута в качестве внутреннего стандарта. Получены градуировочные зависимости для определения диспрозия, титана, ниобия и циркония. Показана возможность определения диспрозия люминесцентным методом.

**Способ учета органического вещества при рентгенофлуоресцентном анализе гумусированных и геохимически контрастных почв.** Т.Н.Гуничева, А.Л.Финкельштейн, Т.С.Айсуева, Г.А.Белоголова. №8, С.2-7.

Теоретически оценено влияние химического состава и содержания органического вещества на интенсивность аналитических линий породообразующих элементов и правильность рентгенофлуоресцентного анализа продуктов экзогенных процессов. Предложен способ их учета при анализе гумусированных и геохимически контрастных почв. Апробацией способа на партии проб реальных почв показано, что учет органического вещества существенно понижает неучтенную систематическую погрешность и исключает необходимость наличия стандартных образцов, адекватных анализируемым материалам, или поиска его аналога с целью приготовления искусственных смесей для градуирования.

**Способ рентгеноспектрального электронно-зондового микроанализа индивидуальных частиц с учетом размерного фактора.** О.Ю.Белозерова, Л.А.Павлова, А.Л.Финкельштейн. №9, С.3-9.

Предложен способ рентгеноспектрального электронно-зондового микроанализа индивиду-

альных частиц с размерами 1-5 мкм. Получено аналитическое выражение для определения состава частиц с учетом их размера. Введена совместная поправка на поглощение и атомный номер путем модификации биэкспоненциальной модели Филибера для функции распределения рентгеновского излучения по глубине образца. Введение размерного фактора позволяет снизить погрешность определения элементов в анализируемых частицах с размерами 1-3 мкм от 1 – 45 до 0,5–22 % отн.

**Рентгенофлуоресцентный анализ: состояние и тенденции развития (обзор).** А.Г. Ревенко. № 10. С. 3-19.

Дан обзор состояния разновидности метода рентгеноспектрального анализа – рентгенофлуоресцентного анализа (РФА). Рассмотрены направления, по которым шло совершенствование РФА в последние несколько лет. Отмечены успехи в создании аппаратуры, разработке теории метода и нового методического обеспечения.

#### 4.3. Масс-спектрометрический анализ

**Особенности определения изотопных соотношений с использованием масс-спектрометра с индуктивно-связанной плазмой HP-4500.** А.И. Степанов, Г.И. Рамендик, Е.В. Фатюшина. №5. С.3-7.

Исследованы причины возникновения погрешностей при измерении относительной распространенности изотопов Nd, Yb и Gd на масс-спектрометре HP-4500 фирмы "Хьюлетт-Паккард" (США). Показано, что главной причиной погрешности определения распространенности изотопов является неодинаковая чувствительность масс-спектрометра к ионам различных масс. Установлено оптимальное содержание элементов в растворах при определении их изотопных распространенностей.

**Контроль технологических процессов в металлургическом производстве с использованием масс-спектрометрического газоанализатора "ЭМГ-20".** С.И. Марковский, А.В. Козловский, И.Л. Федичкин, Е.Л. Гуревич, О.Ю. Бегак, А.В. Бородин. № 6. С.8-13.

Рассмотрены возможности применения нового масс-спектрометрического газоанализатора "ЭМГ-20" для контроля и управления технологическими процессами, обеспечения безопасности работ и проведения экологического мониторинга в металлургии на примере кислородно-конвертерного производства. Показано, что характеристики газоанализатора "ЭМГ-20" обеспечивают оперативный аналитический контроль состава

газовой среды металлургических агрегатов в непрерывном автоматическом режиме. Разработанная система пробоотбора, пробоподготовки и коммутации позволяет осуществлять отбор, подготовку и транспортировку газовых проб по 12 независимым каналам.

#### 5. ФАЗОВЫЙ АНАЛИЗ

**Определение микроконцентраций амфиболовых минералов в тальке методом рентгеновской дифрактометрии.** А.А. Волкова, Г.А. Кринари, Т.З. Лыгина, А.А. Михайлов. №6. С.3-7.

Описан рентгенографический метод определения примеси амфибола в тальке. Метод реализуется на приборах типа ДРОН и позволяет проводить количественную оценку амфибола на грани чувствительности прибора – в интервале содержаний 0,15-4,99 %.

#### 6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГАЗОВЫХ КОМПОНЕНТОВ И АНАЛИЗ ГАЗОВ

**Химический сенсор для контроля содержания озона в газовых средах.** А.Т. Бердиев, З.Н. Нормуразов, А.М. Насимов, Р.М.-Ф. Салихджанова. №7. С.23-24.

Разработан химический сенсор для определения озона в газовых смесях, в основе работы которого лежит ионизационный метод.

**Анализатор для селективного контроля аммиака в промышленных выбросах в атмосферу.** Э.А. Абдурахманов, М.Д. Самтарова, А.М. Насимов, Р.М.-Ф. Салихджанова. №5. С.21-22.

Описан селективный термokatалитический анализатор для автоматического определения аммиака в промышленных выбросах и технологических газообразных смесях.

**Определение оксидов азота в газовых средах.** З.Н. Нормурадов, Н.И. Хабибуллина, А.М. Насимов, Р.М.-Ф. Салихджанова. №5. С.22-23.

Разработан новый метод определения оксидов азота в газовых средах, основанный на измерении ионных токов, которые возникают при ионизации оксидов азота. Величина ионного тока пропорциональна концентрации оксидов азота в анализируемом газе.

**Электрохимический сенсор для определения гидразина в газовых средах.** Т.К. Хамракулов, Б.Е. Новицкий. №8. С.16-18.

Разработан электрохимический сенсор, представляющий собой двухкамерную трехэлектродную систему с погруженными в водно-органический раствор электродами и диффузионной полимерной мембраной, для автоматического, экспрессного определения гидразина в газовых



средах производственных помещений и технических отсеках транспортных средств. Показано, что разработанный сенсор позволяет определять до 0,5 % объемн. гидразина с погрешностью, не превышающей 5 % отн. Ресурс непрерывной работы прибора составляет не менее 1000 ч при одной заправке водно-органическим раствором электролита.

**Термокаталитический анализатор для селективного контроля водорода в газовой среде.** Э.А.Абдурахманов А.М.Насимов, Р.М.-Ф.Салихджанова. №8. С.21.

Проведена оценка основных метрологических параметров термокаталитического анализатора воздуха ГА-Н<sub>2</sub>.

**Стандартные образцы для определения газовых примесей в алюминиевых и титановых сплавах – особенности изготовления, аттестации и применения.** В.П.Антипин, А.А.Григорьева. №8. С.64-66.

Изложены особенности получения, аттестации и применения стандартных образцов в практике контроля газовых примесей в сплавах на основе алюминия и титана и приведены данные по однородности и межлабораторной аттестации СО. Дано описание комплекта государственных стандартных образцов (ГСО) алюминиевых сплавов с аттестованными содержаниями водорода, изготавливаемого в ОАО ВИЛС, не имеющего аналогов в мире, а также ГСО титанового сплава ВТ16 с аттестованными содержаниями водорода и кислорода.

**Усовершенствование прибора и методики вакуум-нагрева для определения водорода в алюминиевых сплавах.** В.П.Антипин, Р.В.Тюльпакова. №9. С.19-21.

Проведено усовершенствование конструкции экстракционно-загрузочного узла прибора МХ-7203 и методики определения водорода в алюминиевых сплавах методом вакуум-нагрева (введение предварительного низкотемпературного нагрева образцов и оптимизация их размеров), обеспечивающее 2-3 кратное улучшение сходимости результатов анализа за счет резкого снижения фона прибора по водороду и стабилизации качества обработки поверхности образца.

**Приготовление и аттестация парогазовых смесей гидразина.** Т.К.Хамракулов, Б.Е.Новицкий, Э.А.Абдурахманов. №9. С.22-23.

Для приготовления поверочных газовых смесей (ПГС) гидразина разработан динамический дозатор диффузионного и карбюраторного типов. Аттестацию ПГС проводили фотометрически и титриметрически. Изучена стабильность

работы динамического дозатора во времени. Диффузионный тип дозатора позволяет получать стабильные концентрации гидразина в течение 240 ч, карбюраторный – в течение 24 ч в пределах 5 %-ной погрешности.

**Отбор проб при аналитическом контроле воздушной среды и выбросов.** О.М.Хоботова, Е.К.Прохорова. №10. С.63-65.

Освещаются вопросы пробоотбора при аналитическом контроле воздушной среды и промышленных выбросов для санитарного и экологического надзора. Приводится обзор современного парка аспираторов (пробоотборных устройств) и технические характеристики современных аспираторов ПУ.

## 7. РАЗДЕЛЕНИЕ И КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ В АНАЛИЗЕ

**Сравнительная оценка сорбции дисперсных и кислотных красителей на полиамидном волокне в присутствии окислительно-восстановительных систем.** В.В.Сафонов, О.Н.Венчугова. №5. С.11-13.

Проведена оценка сорбции кислотных и дисперсных красителей капроновым волокном в присутствии окислительно-восстановительных систем по уравнению Гуревича-Кубелки-Мунка и спектрофотометрированием растворов окрашенных образцов. Установлено, что экспресс-методика оценки сорбции красителей волокнистым материалом наряду с другими известными методами может иметь практическое применение. Показаны преимущества экспресс-метода.

**Предварительное концентрирование алюминия и титана новым хелатным сорбентом в анализе природных и коллекторно-дренажных вод.** Н.Н.Басаргин, Н.В.Чернова, Ю.Г.Розовский. №5. С.19-21.

Описана методика атомно-абсорбционного определения Al и Ti (IV) в анализе природных и коллекторно-дренажных вод, основанная на предварительном групповом концентрировании с использованием полимерного хелатного сорбента поли[4-(1-азо-3-окси-4-(N,N-дикарбо-ксиметил)аминофенил)стирол] при pH 6,0-7,0. Концентрированию не мешают  $n \cdot 10^3$ -кратные массовые количества K, Na, Mo (VI),  $\text{SO}_4^{2-}$ ;  $n \cdot 10^4$  – Mn (II), Fe (III), Zn, Ca, Mg,  $\text{HPO}_4^{2-}$ , F;  $n \cdot 10^3$  – Cr (VI), Ni, Co, Cd;  $n \cdot 10^2$  – Cr (III). Метод апробирован в анализе стандартных растворов и вод ( $s_r = 0,02-0,05$ ).

**Лабораторная ионообменная методика извлечения примесей редкоземельных элементов при диагностике качества урановой продукции.** Б.М.Шавинский, В.Н.Митькин.

*А.И.Камелин. № 9. С.24-25.*

Описана методика извлечения примесей РЗЭ из солянокислого раствора урана (IV) с использованием смолы АВ-17-8 ЧС (ГОСТ 20301-74). Изучение процесса проведено для 1г урана методом радиоактивных индикаторов (радионуклиды  $\text{Eu}^{152}$  и  $\text{U}^{235}$ ), в работе использован Ge-Li детектор. Установлены размеры колонки, время процесса, объемы HCl, необходимые для полного извлечения РЗЭ и вымывания урана из смолы.

## 8. МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ АНАЛИЗА

**Межлабораторный контроль правильности анализа вторичного сырья, содержащего драгоценные металлы.** Ю.А.Карпов, Т.Ю.Алексеева, Н.А.Аракельян, В.Б.Гусева. № 4. С.57-60.

Рассмотрен подход к применению специальных приемов оперативного контроля правильности анализа вторичного сырья, содержащего драгоценные металлы. В основу положен простой дисперсионный анализ. Приведены экспериментальные данные по контролю правильности определения драгоценных металлов во вторичном сырье, полученные в результате сравнительных испытаний.

**Метрологическое обеспечение лабораторных работ при проведении геологических исследований.** Г.В.Остроумов, С.С.Гусев, Л.Н.Любимова. №4. С.60-64.

Описаны основные аспекты метрологического обеспечения лабораторных работ в геологии.

**Разработка и метрологическая аттестация аналитических методик для контроля содержания компонентов буровых растворов в природных водах.** О.Ю.Бегак, Л.А.Конопелько, Г.Р.Нежиховский. №6. С.63-66.

Изложены результаты разработки и метрологической аттестации 10 аналитических методик выполнения измерений (МВИ), предназначенных для контроля концентрации компонентов ряда буровых растворов в пресных природных водах. Работа выполнялась с учетом требований современной нормативно-технической документации при использовании таких аналитических методов, как ВЭЖХ, ИК Фурье-спектроскопия, ААСА, фотометрия и потенциометрия. Диапазон контролируемых концентраций компонентов буровых растворов в

природных водах составляет, как правило, 0,5-10 ПДК. Границы относительной погрешности разработанных МВИ (для  $p = 0,95$ ) не превосходят  $\pm(15-25)\%$ . Представлены нормативы оперативного контроля, выполняемого при реализации МВИ, в частности: сходимости результатов параллельных измерений, погрешности градуировки, стабильности градуировочной характеристики, погрешности измерений методом добавок и др.

**Современное состояние нормативной документации по химическому составу драгоценных металлов и их сплавов.** Ю.А.Карпов, И.В.Миронова. № 8. С.55-63.

Проведен анализ состояния нормативных документов (стандартов) по химическому анализу драгоценных металлов и их сплавов. Выявлены сопоставительные данные по срокам разработки, методам анализа, метрологическим характеристикам для широкого круга стандартов по качеству драгоценных металлов. Обобщение информации указывает на отставание уровня существующих стандартов от современных требований, особенно в части методов аналитического контроля. Сделан вывод о необходимости срочной модернизации нормативной базы в данной области.

## 9. АНАЛИТИКА В ЭКОЛОГИИ

**Исследование выбросов диоксинов и полициклических ароматических углеводородов при сжигании отработанных автомобильных масел в отопительных системах.** Е.С.Бродский, Н.А.Клюев, А.З.Разяпов, М.Г.Коротков, Д.А.Шаповалов. №7. С.3-6.

Исследованы выбросы диоксинов и полициклических ароматических углеводородов (ПАУ) при сжигании отработанных моторных масел в специальных малых отопительных системах некоторых иностранных фирм. Содержание диоксинов в выбросах определяли методом хромато-масс-спектрометрии. Количественный анализ ПАУ проводили методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. Установлено, что обычный режим сжигания не обеспечивает в достаточной степени подавления образования диоксинов и ПАУ, вследствие чего требуется дополнительная очистка дымовых газов.

\* \* \* \* \*